

OUR REF.: Dr.P./ra
(4) 96 060

DÜSSELDORF, 17/01/1996

**RETTENMAIER & SÖHNE GMBH & CO.
in D-73494 Ellwangen-Holzmühle**

A Filtration Aid

The invention relates a filtration aid according to the preamble of claim 1, a process for its manufacture, and an application.

Filtration aids on a cellulose basis have been known for a long time ("Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie", 3rd edition (1951), Volume 1, pages 492, keyword "Verfilzte Schichten", and 493, keyword "Filterungshilfsmittel"). Cellulose is prepared by a multi-step chemical process in which all sensory active substances are removed from the raw material.

Therefore, filtration aids of pure cellulose find an application wherever the sensory harmlessness of the filtration aid is of great significance.

In contrast, filtration aids on a wood fibre basis are prepared by mechanical comminution, i.e. only by a physical treatment, and may emit extractable matter (colour, odour, flavour) in the course of filtration. Therefore, as a rule, using filtration aids is limited to technical filtration where requirements to sensor technology are less stringent.

The difficult field of beverage filtration requires the completely sensory neutrality of the filtration aid employed, on one hand; the amount of fundamentally employable filtration aids is limited for economical reasons, on the other, because the maximum expenses for the filtration aid is governed by the price of the diatomaceous earths which dominate this market.

Usually, beer filtration is performed in two stages. The first stage, as a rule, is a precoat filtration in which the liquid passes a precoat of a filtration aid. This stage is

frequently followed by a downstream second filtration, (a membrane, diatomaceous earth, etc.).

The decisive filtration aid for the precoating filtration in the beverage sector, specifically the beer sector, is diatomaceous earth. A large percentage of the beer produced worldwide is clarified by means of diatomaceous earth filtration. This is currently a total of more than 1.1 billion hl of beer.

The overall demand for filtration aids amounts to abt. 750,000 t annually, the far largest proportion of this amount being constituted by inorganic materials, i.e. said diatomaceous earth, perlite or bentonite. About 250,000 t to 300,000 t of this total amount are consumed by the beverage industry worldwide, largely by breweries, but also wine and fruit juice manufacturers.

The proportion of filtration aids which are based on regrowing organic raw materials (cellulose, wood fibre materials, etc.) has hitherto amounted only to abt. 20,000 t annually, although their use provides numerous advantages as compared to inorganic filtration aids.

Thus, the organic filtration aids concerned are natural materials the quality of which only varies within narrow limits and the occurrence of which can be renewed at regular intervals. In addition, using organic filtration aids neither involves hazards to health nor has adverse effects on the environment and nature. Pumps and delivery elements of the filtration plants are saved to the best way possible because of the non-abrasive characteristics. Finally, the exhausted filter cakes can be disposed off in a relative simple way in agriculture, by composting them or feeding them to animals.

However, organic filtration aids are more expensive, in part by a multiple, over diatomaceous earth, or they have filtration properties which do not fully match those of diatomaceous earth.

It is for this reason that organic filtration aids have not managed to push their way against diatomaceous earth till this date or were used, if at all, along with diatomaceous earth. (Article by J. Speckner "Cellulose als Filterhilfsmittel" in the journal "Brauwelt", year 124 (1984), issue 46, pages 2058 to 2066, particularly page 2062, left-hand column, top)).

However, diatomaceous earth increasingly proves to be problematic. Being a natural mineral substance, it is limited in occurrence. Thus, in the diatomaceous earth case, more and more inferior qualities have meanwhile to be resorted to in order to meet

the large demand in the industry. However, this inevitably leads to increasing expenses in cleaning and processing the diatomaceous earth, which may have an adverse effect on its economic situation for a long run.

An even greater effect, however, lies in the fact that the users take an increasingly critical attitude towards the diatomaceous earth.

This can be attributed to the risk of many natural mineral materials and also the diatomaceous earth entering the lungs, which fact has to be taken very seriously from the occupational medicine's point of view. The World Health Organization (WHO) classified diatomaceous earth as a carcinogenic substance in 1988 following tests series with animals. Rigorous rules are applied in handling it, which are being respected and enforced more and more in Germany.

Another aspect lies in the fact that the disposal of diatomaceous earth becomes increasingly critical in industrial countries. It becomes more difficult to dispose of it at dumping sites since it is classified as a special waste. Now that the new regulation on settlement waste is introduced the disposal situation is further aggravated for diatomaceous earth. In many cases, the disposal of diatomaceous earth used as a filtration aid already involves a cost of abt. DM 600.00 per t of diatomaceous earth if it is employed in the beer filtration and DM 1,500 per t of diatomaceous earth if it is employed in the technical filtration of problematic substances.

According to these urgent problems, particularly in the field of beer filtration, it is the object of the invention to develop a diatomaceous earth surrogate as a filtration aid.

The object is achieved by the invention depicted in claim 1.

All sensory substances, i.e. the active colour-giving, odour-giving and/or flavour-giving substances are intended to be sufficiently removed from the filtration aid before it is used as a filtration aid so that none of these substances can pass over into the filtrate to an appreciable extent and impair its sensory properties. The particles are sufficiently neutralized in a sensory respect, so to speak, in order to serve as a filtration aid. It is essential here that treatment is just pursued only to the extent as is required for this purpose. The use of energy and chemicals remains within acceptable limits so that the product well economically compete with diatomaceous earth. Hence, the effect exerted is not so thoroughgoing as is the case in preparing cellulose from wood fibres. It was surprisingly found that a liquid treatment can achieve sufficient neutralization of

the particles in a sensory respect with no need to simultaneously apply high pressures and temperatures, large amounts of pungent chemicals, and treatment periods lasting from many hours to some days.

Although the point to start from and the preferred field of use of the invention are beer and beverage filtration the invention is not limited to this application.

In the preferred embodiment of the inventive idea, the particles comprise wood particles (claim 2), e.g. wood fibres (claim 3) or specifically wood comminution residues (claim 4) and, hence, e.g. saw-dust, grinding dust, wood chips, chopping chips, milling waste, wood splinters and the like.

In the preferred embodiment of the invention, the particles were treated with a dilute lye (claim 5). However, this does not preclude a treatment with a dilute acid (claim 6), an organic or inorganic solvent (claim 7) or only with water (claim 8) where the known rules provide that longer exposure periods and a higher temperature have to compensate for the lower solubilizing power.

The wood particles which may constitute the filtration aid accordingly are still intended to have a woody nature, i.e. the lignin is not supposed to have virtually been picked out of the raw material/wood quantitatively as happens in cellulose manufacture in the sulfite or sulfate process because of a treatment for many hours at an increased pressure at temperatures going far beyond 100 °C.

In particular, the time of treatment for the invention may be relatively short, specifically in lye treatment, i.e. less than two hours so that it differs by nearly one order of magnitude from the time of treatment in cellulose manufacture. The aim is to remove only those proportions of the wood which are undesirable with regard to the application as a filtration aid, i.e. which exert a flavour-giving, odour-giving and/or colour-giving effect in the filtrate. The proportions concerned are not primarily lignine, but are compounds such as etherial oils, terpene oils, and terpenoids, tannic acid, fats and waxes, phenolic substances (lignans, phenyl propanes, cumarin), stilbenes, flavonoids and the like which constitute an amount of abt. 4 to 5 per cent by weight of the dry wood. It has been shown that these compounds can be leached out of the wood or may even be inactivated by a treatment with dilute lyes or acids already at ambient temperatures at an atmospheric pressure to such an extent that the treated wood particles are adequately neutral in a sensory respect for practical use as filtration aids. What matters is not that residues of the undesirable type cannot be found any more in a severe

analysis, but that a beer or other beverage filtered with the filtration aid does not allow to smell any woody flavour or woody scent or to perceive any brown discoloration in the sensory test.

It is especially with wood particles as an initial product that the inventive filtration aid can be provided in a particularly economical way. The cost are expected to be the same order of magnitude as the cost of diatomaceous earth, but should be only about one third of the cost of pure cellulose.

Also, it seems to be the case that the wood particles which are treated in the inventive way are given a superficially roughened or rugged structure which beneficially influences the filtration properties.

Treatment may be short-timed relative to the treatment periods of wood pulp manufacture.

The filtration properties are largely determined by the grinding process. In case of fine grinding the permeability of the filtering layer is lower, as a rule. In addition, the shape of particles is acted on by the grinding process (micronizing, fibrillation). If the cellulose products are fibrous these may be fibrillated more or less. However, grinding may also be effected in several steps if a first grinding process for particle preparation is followed by another grinding process after treatment or before or after drying.

According to claim 9, the filtration aid may substantially contain only wood particles of one and the same type, size, and pretreatment, i.e. may be composed in a uniform way.

According to claim 10, however, it is also possible for the filtration aid to contain at least two proportions of the particles comminuted according to two different techniques with a view to setting the filtration properties so as to meet the requirements.

Under the same aspect, the filtration aid may contain at least two proportions of the particles comminuted to different dimensions (claim 11) and/or at least two particle types prepared from different initial materials (vegetable fibres) (claim 12).

Likewise, the filtration aid may contain other proportions which do not influence the filtration properties, e.g. starch (claim 13).

It may also be a mixture with other filtration active proportions not consisting of vegetable fibres (claim 14), specifically with mineral filtration active proportions (claim 15), namely with diatomaceous earth (claim 16), which would have the effect to reduce

the diatomaceous earth proportion and, thus, the concurrent problems mentioned at the beginning.

However, other mineral filtration aids are taken into consideration as additional ingredients, particularly perlites (claim 17).

According to claim 18, the maximum particle dimension of the filtration aid, when employable, is supposed to be less than 1.0 mm.

Since particles are prepared by grinding they are not of a sharply defined size, but have a size distribution which approximately follows a Gauss curve. The position of the maximum of this curve should be construed to be the largest particle measure here.

The inventive filtration aid may be employed for forming precoating filter layers in the same way as was the case for diatomaceous earth before.

The invention also relates to a technique according to claim 19 for the preparation of the filtration aid wherein the particles are digested with the processing liquid during an exposure period.

A temperature range to be considered for particle treatment is the range of ambient temperature which admittedly does not require an expenditure in heating energy, but longer treatment times (claim 20).

Another practicable range involving shorter treatment times is 50 – 130 °C (claim 21).

An important process feature in treating the particles, however, is that treatment may also take place at temperatures below 100 °C and, at the same time, at an atmospheric pressure (claim 22), which significantly simplifies the plant needed to prepare the filtration aid.

The preferred mode of operation according to claim 23 uses dilute lye as a aid in of treatment.

According to claim 24, working is possible at an atmospheric pressure at temperatures ranging from 70 °C to 90 °C, which means a temperature which is markedly increased over the ambient temperature, but is below the boiling point, and makes unnecessary the use of pressure vessels. This leads to a usable filtration aid at a minimum of expenditure in equipment and energy.

A " dilute lye" is intended to signify an aqueous solution which contains a proportion of from 5 to 10 % by weight of the dry lye on the basis of the colourant content (claim 25).

The preferred embodiment of the invention uses caustic soda solution (claim 26).

Apart from the pressure and temperature, the exposure period depends on the solubilizing power of the processing liquid for the undesirable ingredients and will be longest if water is the processing liquid. If the processing liquid is a dilute lye the exposure periods envisaged are not in the range of seconds, but an exposure period which is short as compared to the exposure periods necessary in cellulose manufacture which range from several hours to some days. The exposure period, in part, depends on the particle size.

For the rest, the period is measured such as to be just sufficient to remove the decisive sensory substances from the particles, particularly from the wood particles. The latter aim is achieved if a maximum of 10 % by weight of the wood ingredients are removed (claim 27) whereas the aim in cellulose preparation is to remove mostly more than 30 % of the wood ingredients.

For a lye treatment, the exposure period may specifically range between 5 and 120 minutes (claim 28).

The material density, i.e. the weight proportion of the particles in the dilute lye, may amount from 5 to 15 % under the action of the lye (claim 29).

The particles may be washed, neutralized, and dried after the exposure period (claim 30).

The particle size (mean value) may be up to 10 mm, preferably from 0.5 to 1.0 mm, during the treatment (claim 31).

In an individual case, it is possible to continue comminuting the wood particles following the lye treatment and drying without abandoning its sensory harmlessness (claim 32).

To obtain clear-cut conditions with regard to the filtration properties, it is recommended, according to claim 33, that the wood particles should be graded following the lye treatment and drying, according to claim 30.

The invention is also embodied in using small-sized particles from vegetable fibres which, during an exposure period, were subjected to a treatment with a liquid which removes the sensory active substances from the vegetable fibres, as filtration aids (claim 34), particularly after the particles were treated according to the process of claims 17 to 30 (claim 35).

A preferred use specifically is in beverage filtration, specifically beer filtration (claim 36).

Other fields of use of the invention are foodstuff filtration (claim 37), e.g. sugar solutions, edible oil, fat, gelatine, citric acid, alginate, etc., for instance, filtration in the field of chemistry (claim 38), e.g. alkali-metal chlorides, for instance, and that in the range of cleaning auxiliary liquids in metal-working (claim 39), e.g. lubrorefrigerants, rolling oils, grinding oils, etc.

For an examination of the efficiency exerted by the inventive treatment on the vegetable fibre particles, non-treated vegetable fibre particles (Lignocel C 120) were compared to vegetable fibre particles treated according to the invention (sample No. 1; sample NO. 2; sample No. 3).

To demonstrate the treated vegetable fibre particles, 330 g of wood fibre flour (particle range: 70 – 150 μm), 3,700 ml of water, and 15.8 g of solid sodium hydroxide were digested (reacted) in a mixing and conditioning reactor at 20 °C to 25 °C without tempering them additionally and without agitating. The solid contents was less than 10 % by weight; the retention time was at least 16 hours, the pH of the aqueous lye was below 11.3 after 16 hours.

The caustic soda solution was filtered off by suction over a plastic filter, the pre-dried wet cake was suspended in hot water (70 °C) so as to achieve a solid contents of less than 15 % by weight. Neutralization was done with hydrochloric acid (32 % by weight) to achieve a final pH of from 4.0 to 7.0 and the solution was filtered off by suction over a plastic filter. The subsequent final wash was performed at least twice with 200 to 500 ml of hot water each (70 °C).

To determine the yield, this wet cake was applied as a coat 5 to 10 mm in thickness to a sheeting and was dried.

The whiteness and bulk weight were determined on this material.

The yield (atro) was at least 97 % by weight, i.e. a maximum of 3 % by weight of the ingredients of the wood fibre flour employed was leached out by the treatment with a lye.

Sensory testing was done in an aqueous suspension in which 1 g of the product had been suspended in 100 ml of water at 100 °C. This suspension was tested for its odour and flavour.

To obtain an idea of what is still contained of extractable substances in the non-treated wood particle material (Lignocel C 120), on one hand, and the wood particle material subjected to the lye treatment (sample Nos. 1 – 3), on the other hand, the materials were subjected to extraction in a Soxhlet apparatus. The volume of the still-extractable ingredients contained in the material is a measure of the suitability of the materials as filtration aids for sensory exacting filtrations.

During extraction in the Soxhlet apparatus, 5 g of the product dried to a moisture content of less than 10 % by weight were extracted with 250 ml of ethanol/water (1 : 1) for 5 hours, and the content of extracted matter was determined by gravimetry.

Finally, the material tempered to a moisture content of less than 10 % by weight was subjected, according to a working specification of the Schenk company, to a test filtration at 20 °C during which the height of the wet cake, the Darcy value, the flow advance behaviour, and the water equivalent were determined.

The results of the tests are summarized in the appended table.

Evaluation in the sensory field is made according to value-range numbers. 0 means "good", 10 means "bad".

It can be seen in the table that the non-treated material has a value of 8 with regard to its odour, which is considerably worse than are the values of the treated sample Nos. 1 – 3.

The same applies to the flavour which was rated to be maximally bad for the non-treated product Lignocel C 120.

While substantial differences cannot be established in the turbidity and colour of the extraction solution in the Soxhlet apparatus the volume extracted is an important point. The non-treated product Lignocel C 120 still allowed to extract 3.37 % whereas the corresponding values of the treated products are about 1.0 %. This means that a significant portion of the ingredients which are extractable and could possibly be annoying during the use of the product as a filtration aid have been leached out already by the relatively mild lye treatment.

Note the water equivalent which increased because of the lye treatment of the product and is a measure of the permeability of the filtration aid. The water equivalent is determined by means of a laboratory-scale pressure filter (50 mm in diameter) and a water overhead tank using level regulation. A difference of 2 m requires to be

maintained between the level of the water in the water overhead tank and the filter bottom.

The laboratory-scale filter is provided with a wetted permeable cellulose layer (a Schenk D layer with the screen side turned down) and is closed. Subsequently, 25 g of filtration aid are suspended in 200 to 300 ml of pure water and are completely passed over to the laboratory-scale filter. The laboratory-scale filter is connected to the water overhead tank and is deaerated. 500 ml of water are filtered off after one minute and time is taken subsequently for the next 100 ml of the filtrate. The water equivalent results from the time taken as follows:

$$\text{Water equivalent} = \frac{480}{\text{Time in minutes}}$$

If a water equivalent results here which is less than 150 a determination is made as above, but using only 4 g of filtration aid. The result will then be

$$\text{Water equivalent} = \frac{76.8}{\text{Time in minutes}}$$

Hence, the shorter is the time needed by a certain water volume to flow through the filtration layer the larger is the water equivalent. It is understood that provisions have to be made for exactly comparable water equivalents for equal wet cake heights.

Hence, the inventive treatment increases the permeability of the filtration layer formed from the filtration aid, or decreases the counter-pressure.

As ensues from the table the treatment provides for a product having a substantially improved water equivalent.

TABLE

Product	Moisture content wght. %	Odour	Flavour	Turbidity	Colour	Extracted matter %	White-ness %	Bulk weight g/dm ³	Wet cake height mm/25 g	Darcy value	Flow advance behaviour	Water equivalent min ⁻¹ /25 g
<i>Refer.: Lignocel C 120</i>	9.0	8	10 (bitter)	1 (nearly clear)	8 (yellow)	3.37	56.4	128	78	5.3	Good	770
<i>Sample No. 1</i>	3.3	1	2-3 (mild)	0 (clear)	1 - 2 (no colour)	0.93	34.2	n.i.	83	8.0	Good	1098
<i>Sample No. 2</i>	5.3	1	2-3 (mild)	0 (clear)	2 (no colour)	1.04	34.1	125	82	7.3	Good	1010
<i>Sample No. 3</i>	7.5	5	6 (neutral)	1 (clear)	2 - 3 (nearly no colour)	0.98	36.8	131	79	7.8	Good	1125

OUR REF.: Dr.P./ra
Filtr No. (4)
96 060

DÜSSELDORF, 17/01/1997

**RETTENMAIER & SÖHNE GMBH & CO.
in D-73494 Ellwangen-Holzmühle**

Claims:

1. A filtration aid which comprises small-sized particles of vegetable fibres, **characterized in that** the particles were subjected to a liquid treatment which removes the sensory active substances from the vegetable fibres.
2. The filtration aid as claimed in claim 1, **characterized in that** the particles comprise wood particles.
3. The filtration aid as claimed in claim 2, **characterized in that** the particles comprise wood fibres.
4. The filtration aid as claimed in claim 3, **characterized in that** the particles comprise wood comminution residues.
5. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 4, **characterized in that** the wood particles were subjected to a treatment with a non-dilute lye.
6. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 4, **characterized in that** the wood particles were subjected to a treatment with a non-dilute acid.
7. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 4, **characterized in that** the wood particles were subjected to a treatment with an organic or non-organic solvent.

8. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 4, **characterized in that** the wood particles were subjected to a treatment with water.
9. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 8, **characterized in that** it substantially contains only wood particles of one and the same type, size, and pretreatment.
10. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 8, **characterized in that** it contains at least two proportions of the particles that were comminuted according to different techniques.
11. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 10, **characterized in that** it contains at least two proportions of the particles that were comminuted to different dimensions.
12. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 11, **characterized in that** it contains proportions of particles which were prepared from at least two different initial materials.
13. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 12, **characterized in that** it contains other organic or inorganic proportions, which do not influence the filtration properties.
14. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 13, **characterized in that** it contains other filtration active proportions.
15. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 14, **characterized in that** it contains other filtration active mineral proportions.
16. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 15, **characterized in that** it contains diatomaceous earth.

17. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 16, **characterized in that** it contains mineral filtration aids, particularly perlite.
18. The filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 17, **characterized in that** the maximum particle dimension of the filtration aid, when employable, is less than 1.0 mm.
19. A process for the preparation of the filtration aid as claimed in any one of claims 1 to 18, **characterized in that** the particles are digested with the processing liquid during an exposure period.
20. The process as claimed in claim 19, **characterized in that** the temperature of the processing liquid is in the range of the ambient temperature during treatment.
21. The process as claimed in claim 19 or 20, **characterized in that** the temperature of the processing liquid is 50 - 130 °C during treatment.
22. The process as claimed in any one of claims 19 to 21, **characterized in that** the temperature of the processing liquid is less than 100 °C during treatment and treatment is effected at an atmospheric pressure.
23. The process as claimed in any one of claims 1 to 22, **characterized in that** treatment is effected with a dilute lye.
24. The process as claimed in any one of claims 1 to 23, **characterized in that** the temperature of the lye is from 70 to 90 °C during treatment.
25. The process as claimed in any one of claims 1 to 24, **characterized in that** the concentration of the dilute lye is from 2 to 10 % by weight on the basis of the solid content.
26. The process as claimed in any one of claims 23 to 25, **characterized in that** caustic soda solution is used as a lye.

27. The process as claimed in any one of claims 19 to 26, **characterized in that** the exposure period is timed so as to remove a maximum of 10 % by weight of the wood ingredients.
28. The process as claimed in any one of claims 23 to 27, **characterized in that** the exposure period is from 5 to 120 minutes.
29. The process as claimed in any one of claims 23 to 28, **characterized in that** the material density is from 5 to 25 % during treatment.
30. The process as claimed in any one of claims 19 to 29, **characterized in that** the particles are washed and dried after the exposure period.
31. The process as claimed in any one of claims 19 to 30, **characterized in that** the particle size is up to 10 mm, preferably from 0.5 to 1.0 mm, during treatment.
32. The process as claimed in any one of claims 19 to 31, **characterized in that** the particles continue to be comminuted following the treatment and before or after drying.
33. The process as claimed in any one of claims 19 to 32, **characterized in that** the wood particles are graded following the treatment and drying.
34. The use of small-sized particles from vegetable fibres that were subjected to an exposure period of a liquid treatment which removes the sensory active substances from the vegetable fibres, as a filtration aid.
35. The use of small-sized particles from vegetable fibres that were prepared according to any one of claims 19 to 33, as a filtration aid.
36. The use as claimed in claim 34 or 35 in beverage filtration, specifically beer filtration.

37. The use as claimed in claim 34 or 35 in foodstuff filtration.
38. The use as claimed in claim 34 or 35 in the field of cleaning liquids in chemistry.
39. The use as claimed in claim 34 or 35 in the field of cleaning auxiliary liquids in metal-working.

OUR REF.: Dr.P./ra
File No. (4)
96 060

DÜSSELDORF, 17/01/1997

RETTENMAIER & SÖHNE GMBH & CO.
in D-73494 Ellwangen-Holzmühle

Abstract:

The filtration aid comprises small-sized particles from vegetable fibres that were subjected to the exposure period of a liquid treatment which removes the sensory active substances from the vegetable fibres.

DÜSSELDORF · ESSEN

PATENTANWÄLTE

DIPL.-PHYS. DR. PETER PALGEN
DIPL.-PHYS. DR. H. SCHUMACHER

EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

UNSER ZEICHEN: Dr.P./Wa
Akten-Nr. 4
96 060

DÜSSELDORF, den 17.01.1997

RETTENMAIER & SÖHNE GMBH + CO.
in 73494 Ellwangen-Holzmühle.

Filterhilfsmittel

Die Erfindung bezieht sich auf ein Filterhilfsmittel nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1, ein Verfahren zu seiner Herstellung und eine Verwendung.

5 Filterhilfsmittel auf Cellulosebasis sind seit langem bekannt ("Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 3. Auflage (1951), erster Band, Seiten 492, Stichwort "Verfilzte Schichten" und 493, Stichwort "Filterungshilfsmittel"). Cellulose wird durch einen mehrstufigen chemischen Prozeß hergestellt, bei dem alle sensorisch wirksamen Stoffe aus
10 dem Rohstoff entfernt werden.

Filterhilfsmittel aus reiner Cellulose finden daher überall dort Anwendung, wo die sensorische Unbedenklichkeit des eingesetzten Filterhilfsmittels von wesentlicher Bedeutung ist.

15 Filterhilfsmittel auf Holzfaserbasis werden dagegen durch mechanische Zerkleinerung, also nur durch physikalische Behandlung hergestellt und können demnach im Verlauf der Filtration Extraktstoffe (Farbe, Geruch, Geschmack) abgeben. Der Einsatz von Filterhilfsmitteln auf Holzfaserbasis ist daher in der Regel auf technische Filtration mit
20 geringeren Ansprüchen hinsichtlich der Sensorik beschränkt.

Das schwierige Gebiet der Getränkefiltration erfordert einerseits die vollkommene sensorische Neutralität des eingesetzten Filterhilfsmittels; andererseits ist die Menge der grundsätzlich einsetzbaren Filterhilfsmittel aus wirtschaftlichen Gründen begrenzt, da die maximalen Aufwendungen für das Filterhilfsmittel vom Preis der in diesem Markt dominierenden Kieselguren festgelegt wird.

Üblicherweise erfolgt die Bierfiltration in zwei Stufen. In der ersten Stufe handelt es sich in der Regel um eine Anschwemmfiltration, bei der die Flüssigkeit eine angeschwemmte Schicht eines Filterhilfsmittels passiert. Dieser Stufe ist häufig eine zweite Filtration (Membran, Kieselgur etc.) nachgeschaltet.

Das maßgebliche Filterhilfsmittel für die Anschwemmfiltration auf dem Getränke-, insbesondere Biersektor ist Kieselgur. Ein hoher Prozentsatz der Weltbierproduktion wird mittels Kieselgurfiltration geklärt. Dies sind derzeit insgesamt mehr als 1,1 Mrd. hl Bier.

Der Gesamtbedarf an Filterhilfsmitteln liegt weltweit bei ca. 750.000 t pro Jahr, wobei der weitaus größte Anteil dieser Menge von anorganischen Stoffen wie eben Kieselgur, Perlite oder Bentonit gestellt wird. Von dieser Gesamtmenge werden weltweit etwa 250.000 t bis 300.000 t pro Jahr von der Getränkeindustrie verbraucht, zum großen Teil von Brauereien, aber auch von Herstellern von Wein und Fruchtsäften.

Der Anteil von Filterhilfsmitteln, die auf organischen, nachwachsenden Rohstoffen basieren (Cellulose, Holzfaserstoffe etc.) beläuft sich bislang nur auf ca. 20.000 t pro Jahr, obwohl deren Verwendung im Vergleich zu anorganischen Filterhilfsmitteln zahlreiche Vorteile bietet.

So handelt es sich bei den organischen Filterhilfsmitteln um natürliche Materialien, deren Qualität nur in geringen Grenzen schwankt und deren Vorkommen in regelmäßigen Abständen erneuert werden kann. Zudem birgt die Verwendung von organischen Filterhilfsmitteln weder gesundheitliche Risiken noch schädliche Auswirkungen für Umwelt und Natur. Pumpen und Fördererelemente der Filtrationsanlagen werden

aufgrund des nicht-abrasiven Verhaltens bestmöglich geschont. Schließlich lassen sich die verbrauchten Filterkuchen über Landwirtschaft, Kompostierung oder Viehverfütterung relativ leicht entsorgen.

5 Allerdings sind die organischen Filterhilfsmittel zum Teil um ein Mehrfaches teurer als Kieselgur oder sie besitzen Filtrationseigenschaften, die denen der Kieselgur nicht in vollem Maß entsprechen.

10 Aus diesem Grund haben sich organische Filterhilfsmittel bisher gegen Kieselgur nicht in Szene setzen können bzw. sind allenfalls zusammen mit Kieselgur verwendet worden (Aufsatz von J. Speckner "Cellulose als Filterhilfsmittel" in Z. "Brauwelt", Jahrgang 124 (1984), Heft 46, Seiten 2058 bis 2066, insbesondere Seite 2062, linke Spalte oben).

15 Kieselgur erweist sich jedoch in zunehmendem Maße als problematisch. Als mineralischer Naturstoff ist sie in ihrem Vorkommen begrenzt. Inzwischen muß bei Kieselgur mehr und mehr auf minderwertige Qualitäten zurückgegriffen werden, um dem hohen Bedarf der Industrie gerecht zu werden. Dies führt
20 jedoch zu steigenden Aufwendungen für die Reinigung und Verarbeitung der Kieselgur, die langfristig deren wirtschaftliche Situation negativ beeinflussen könnte.

 Von noch größerem Einfluß ist aber die Tatsache, daß die Anwender gegenüber der Kieselgur eine zunehmend kritische
25 Haltung einnehmen.

 Dies ist auf die Lungengängigkeit vieler natürlicher Mineralstoffe und auch der Kieselgur zurückzuführen, die aus arbeitsmedizinischer Sicht sehr ernst zu nehmen ist. Die
30 World Health Organisation (WHO) stufte Kieselgur 1988 nach Tierversuchsreihen als kanzerogenen Stoff ein. Für die Handhabung gelten strenge Vorschriften, die in Deutschland mehr und mehr beachtet und durchgesetzt werden.

 Ein weiterer Aspekt besteht darin, daß die Entsorgung der Kieselgur in Industrieländern zunehmend kritischer wird.
35 Eine Einstufung als Sondermüll erschwert die Deponierung erheblich. Mit der Einführung der neuen TA Siedlungsabfall verschärft sich die Entsorgungssituation für Kieselgur wei-

ter. In vielen Fällen verursacht die Entsorgung von als Filterhilfsmittel gebrauchter Kieselgur bereits Kosten von ca. 600,00 DM pro t Kieselgur, wenn diese in der Bierfiltration eingesetzt wurde bzw. 1500,00 pro t Kieselgur, wenn
5 diese bei der technischen Filtration von Problemstoffen verwendet wurde.

Ausgehend von diesen drängenden Problemen insbesondere auch auf dem Gebiet der Bierfiltration liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, einen Kieselgurersatzstoff als Filter-
10 hilfsmittel zu entwickeln.

Diese Aufgabe wird durch die in Anspruch 1 wiedergegebene Erfindung gelöst.

Es sollen alle sensorisch, also farblich, geruchlich und/oder geschmacklich wirksamen Stoffe vor dem Einsatz als
15 Filterhilfsmittel in ausreichendem Maß aus dem Filterhilfsmittel entfernt werden, so daß keiner dieser Stoffe in nennenswertem Umfang in das Filtrat übergehen und dessen sensorische Eigenschaften beeinträchtigen kann. Die Partikel werden gewissermaßen sensorisch ausreichend neutralisiert,
20 um als Filterhilfsmittel dienen zu können. Dabei ist wesentlich, daß die Behandlung nur gerade soweit getrieben wird, wie es für diesen Zweck erforderlich ist. Der Energie- und Chemikalieneinsatz bleibt in einem vertretbaren Rahmen, sodaß das Produkt wirtschaftlich mit Kieselgur konkurrieren
25 kann. Die Einwirkung ist also nicht so durchgreifend, wie es bei der Herstellung von Cellulose aus Holzfasern der Fall ist. Überraschend wurde gefunden, daß durch eine Flüssigkeitsbehandlung eine ausreichende Neutralisierung der Partikel in sensorischer Hinsicht erreicht werden kann, ohne daß
30 es gleichzeitig anzuwendender hoher Drücke und Temperaturen, großer Mengen scharfer Chemikalien und vielstündiger bis tagelanger Behandlungszeiten bedarf.

Ausgangspunkt und bevorzugtes Anwendungsgebiet für die Erfindung ist zwar die Bier- und Getränkefiltration, doch
35 ist die Erfindung nicht auf diesen Anwendungsbereich beschränkt.

Bei der bevorzugten Ausführungsform des Erfindungsge-

dankens umfassen die Partikel Holzpartikel (Anspruch 2), z.B. Holzfasern (Anspruch 3) oder insbesondere Holzzerkleinerungsreste (Anspruch 4), also z.B. Sägemehl, Schleifmehl, Holzspäne, Hackspäne, Fräsabfall, Splitterholz und dergleichen.

Bei dem bevorzugten Ausführungsbeispiel der Erfindung sind die Partikel mit verdünnter Lauge behandelt worden (Anspruch 5). Es ist jedoch eine Behandlung mit verdünnter Säure (Anspruch 6), mit einem organischen oder anorganischen Lösungsmittel (Anspruch 7) oder auch nur mit Wasser (Anspruch 8) nicht ausgeschlossen, wobei nach den bekannten Regeln längere Einwirkungsdauer und höhere Temperatur das geringere Lösungsvermögen auszugleichen haben.

Die Holzpartikel, die demnach das Filterhilfsmittel bilden können, sollen tatsächlich noch den Holzcharakter haben, d.h. es soll nicht praktisch quantitativ das Lignin aus dem Rohstoff Holz herausgelöst worden sein, wie es bei der Celluloseherstellung im Sulfit- oder Sulfatverfahren durch vielstündige Behandlung unter erhöhtem Druck bei weit über 100°C liegenden Temperaturen geschieht.

Die Behandlungszeit bei der Erfindung kann insbesondere bei der Laugenbehandlung reaktiv kurz sein, z.B. unter zwei Stunden betragen, so daß sie sich um fast eine Größenordnung von der Behandlungszeit bei der Celluloseherstellung unterscheidet. Das Ziel ist die Entfernung nur der Anteile des Holzes, die im Hinblick auf den Verwendungszweck als Filterhilfsmittel unerwünscht sind, d.h. geschmackliche, geruchliche und/oder farbliche Wirkungen im Filtrat ausüben. Es handelt sich hierbei nicht in erster Linie um Lignin, sondern um Verbindungen wie etherische Öle, Terpenöle und Terpenoide, Gerbsäuren, Fette und Wachse, phenolische Substanzen (Lignane, Phenylpropane, Cumarin) Stilbene, Flavonoide und dergleichen, die eine Menge von ca 4 bis 5 Gewichtsprozent des trockenen Holzes ausmachen. Es hat sich gezeigt, daß diese Verbindungen durch eine Behandlung mit verdünnten Laugen oder Säuren schon bei Umgebungstemperaturen unter Atmosphärendruck so weit aus dem Holz herausge-

löst oder aber unwirksam gemacht werden können, daß die behandelten Holzpartikel für die praktische Verwendung als Filterhilfsmittel sensorisch hinreichend neutral sind. Es kommt nicht darauf an, daß bei einer scharfen Analyse kei-
5 nerlei Rückstände der unerwünschten Art mehr festzustellen sind, sondern daß z.B. ein mit dem Filterhilfsmittel gefiltertes Bier oder sonstiges Getränk bei der sensorischen Prüfung keinen Holzgeschmack oder Holzduft und keine braune Verfärbung erkennen läßt.

10 Gerade bei Holzpartikeln als Ausgangsprodukt kann das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel besonders wirtschaftlich bereitgestellt werden. Die Kosten dürften in der gleichen Größenordnung wie die Kosten für Kieselgur liegen, aber nur etwa ein Drittel der Kosten für reine Cellulose betragen.

15 Es scheint auch so zu sein, daß die erfindungsgemäß behandelten Partikel eine oberflächlich zusätzlich aufgerauhte bzw. zerklüftete Struktur erhalten, die die Filtereigenschaften vorteilhaft beeinflußt.

20 Die Behandlung kann relativ zu den Behandlungsdauern der Zellstoffherstellung kurzzeitig sein.

Die Mahlung bestimmt weitgehend die Filtrationseigenschaften. Bei feiner Mahlung ist in der Regel die Permeabilität der Filterschicht geringer. Durch die Mahlung (Mikronisierung, Fibrillierung) wird zudem die Partikelform beeinflusst. Bei fasrigen Celluloseprodukten können diese z.B.
25 mehr oder weniger fibrilliert sein. Die Mahlung kann auch in mehreren Schritten erfolgen, indem sich einer ersten Mahlung zur Herstellung der Partikel eine weitere Mahlung nach der Behandlung und vor oder nach der Trocknung anschließt.

30 Gemäß Anspruch 9 kann das Filterhilfsmittel im wesentlichen nur Holzpartikel ein und derselben Art, Größe und Vorbehandlung enthalten, also im wesentlichen einheitlich zusammengesetzt sein.

35 Es ist aber gemäß Anspruch 10 auch möglich, daß das Filterhilfsmittel mindestens zwei nach unterschiedlichen Verfahren zerkleinerte Anteile der Partikel enthält, um die Filtrationseigenschaften den Erfordernissen entsprechend

einstellen zu können.

Unter dem gleichen Aspekt kann das Filterhilfsmittel mindestens zwei auf unterschiedliche Abmessungen zerkleinerte Anteile der Partikel (Anspruch 11) und/oder mindestens
5 zwei aus unterschiedlichen Ausgangsmaterialien (Pflanzenfasern) hergestellte Partikel enthalten (Anspruch 12).

Das Filterhilfsmittel kann auch andere, die Filtrationseigenschaften nicht beeinflussende Anteile enthalten, z.B. Stärke (Anspruch 13).

10 Es kann auch eine Mischung mit anderen, d.h. nicht aus Pflanzenfasern bestehenden filteraktiven Anteilen sein (Anspruch 14), auch mit mineralischen Anteilen (Anspruch 15), namentlich mit Kieselgur (Anspruch 16), was die Wirkung hätte, den Kieselguranteil und die damit einhergehenden
15 eingangs erwähnten Probleme zu reduzieren.

Es kommen aber als zusätzliche Bestandteile auch andere mineralische Filterhilfsmittel, insbesondere Perlite, in Betracht (Anspruch 17).

Gemäß Anspruch 18 soll die größte Partikelabmessung des
20 gebrauchsfertigen Filterhilfsmittel unterhalb 1,0 mm liegen.

Da die Partikel durch Mahlung hergestellt sind, haben sie keine scharfe Größe, sondern eine Größenverteilung etwa nach einer Gauß'schen Kurve. Die Lage des Maximums dieser Kurve sei hier als größte Partikelabmessung verstanden.

25 Das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel kann zur Bildung von Anschwemm-Filtererschichten in der gleichen Weise eingesetzt werden, wie es bisher bei Kieselgur der Fall war.

Die Erfindung erstreckt sich auch auf ein Verfahren gemäß Anspruch 19 zur Herstellung des Filterhilfsmittels,
30 bei dem die Partikel während einer Einwirkungsdauer mit der Behandlungsflüssigkeit digeriert werden.

Ein in Betracht kommender Temperaturbereich bei der Behandlung der Partikel ist der Bereich der Umgebungstemperatur, der zwar keinen Heizenergieaufwand, dafür aber längere
35 Behandlungszeiten erfordert (Anspruch 20).

Ein weiterer praktikabler Bereich mit kürzeren Behandlungszeiten ist 50-130 °C (Anspruch 21).

Ein wichtiges Verfahrensmerkmal bei der Behandlung der Partikel ist jedoch, daß die Behandlung auch bei Temperaturen unterhalb 100 °C und gleichzeitig bei Atmosphärendruck stattfinden kann (Anspruch 22), was die für die Herstellung des Filterhilfsmittel benötigte Anlage wesentlich vereinfacht.

Bei der bevorzugten Arbeitsweise nach Anspruch 23 wird als Behandlungsmittel verdünnte Lauge verwendet.

Es kann gemäß Anspruch 24 bei Atmosphärendruck im Temperaturbereich von 70 bis 90 °C gearbeitet werden, was eine gegenüber der Umgebungstemperatur deutlich erhöhte, jedoch unter dem Siedepunkt liegende Temperatur bedeutet und den Einsatz von Druckgefäßen erübrigt. Dies führt mit einem Minimum an apparativem und energetischem Aufwand zu einem brauchbaren Filterhilfsmittel.

"Verdünnte Lauge" soll eine wäßrige Lösung mit einem Anteil von 2 bis 10 Gew.- % der trockenen Lauge, bezogen auf den Farbstoffgehalt, bedeuten (Anspruch 25).

Bei der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird Natronlauge verwendet (Anspruch 26).

Die Einwirkungsdauer hängt abgesehen von Druck und Temperatur vom Lösungsvermögen der Behandlungsflüssigkeit für die unerwünschten Inhaltsstoffe ab und wird bei Wasser als Behandlungsflüssigkeit relativ am längsten sein. Bei verdünnter Lauge als Behandlungsflüssigkeit kommen auch keine Einwirkungsauern im Sekundenbereich in Betracht, sondern solche, die im Vergleich zu den bei der Celluloseherstellung notwendigen mehrstündigen bis tagelangen Einwirkungsauern kurz sind. Die Einwirkungsdauer ist zum Teil von der Partikelgröße abhängig.

Sie bemißt sich im übrigen danach, daß gerade nur die sensorisch maßgeblichen Stoffe aus den Partikeln, insbesondere den Holzpartikeln entfernt werden sollen. Letzteres Ziel ist erreicht, wenn höchstens 10 Gew.-% der Holzinhaltsstoffe entfernt werden (Anspruch 27), während es bei der Celluloseherstellung um die Befreiung von meist mehr als 30 % der Holzinhaltsstoffe geht.

Die Einwirkungsdauer kann bei einer Laugenbehandlung insbesondere zwischen 5 und 120 min. liegen (Anspruch 28).

Die Stoffdichte, d.h. der Gewichtsanteil der Partikel in der verdünnten Lauge kann bei der Behandlung 5 bis 25 % betragen (Anspruch 29).

Die Partikel können nach der Einwirkungsdauer gewaschen und getrocknet werden (Anspruch 30).

Die Partikelgröße (Mittelwert) kann während der Behandlung bis zu 10 mm, vorzugsweise 0,1 bis 1,0 mm betragen (Anspruch 31).

Im Einzelfall ist es ohne Aufgabe der sensorischen Unbedenklichkeit möglich, die Partikel nach der Laugenbehandlung und dem Trocknen weiterzuzerkleinern (Anspruch 32).

Um im Hinblick auf die Filtereigenschaften eindeutige Verhältnisse zu bekommen, empfiehlt es sich gemäß Anspruch 33, die Partikel nach der Laugenbehandlung und dem Trocknen zu klassieren.

Die Erfindung verkörpert sich auch in der Verwendung von kleinteiligen Partikeln aus Pflanzenfasern, die während einer Einwirkungsdauer einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt, als Filterhilfsmittel (Anspruch 34), insbesondere wenn die Partikel nach dem Verfahren der Ansprüche 17 bis 30 behandelt worden sind (Anspruch 35).

Eine bevorzugte Verwendung erfolgt insbesondere in der Getränke-, insbesondere Bierfiltration (Anspruch 36).

Andere Anwendungsfelder der Erfindung sind die Lebensmittelfiltration (Anspruch 37), also z.B. Zuckerlösungen, Speiseöl, Fett, Gelatine, Zitronensäure, Alginat usw., die Filtration im Bereich der Chemie (Anspruch 38), also z.B. Chloralkali, und im Bereich der Reinigung von Hilfsflüssigkeiten der Metallbearbeitung (Anspruch 39), also z.B. Kühlschmierstoffe, Walzöle, Schleiföle usw..

Zur Untersuchung der Wirksamkeit der erfindungsgemäßen Behandlung der Pflanzenfaserpartikel wurden unbehandelte Pflanzenfaserpartikel (Lignocel C 120) mit erfindungsgemäß behandelten Pflanzenfaserpartikeln (Probe Nr. 1; Probe Nr.

2; Probe Nr. 3) verglichen.

Zur Darstellung der behandelten Pflanzenfaserpartikel wurden in einem Misch- und Aufbereitungsreaktor bei 20° bis 25°C ohne zusätzliches Temperieren und ohne Rühren 330 g
5 Holzfasermehl (Partikelbereich: 70-150 µm), 3700 ml Wasser und 15,8 g festes Natriumhydroxid digeriert (umgesetzt). Der Feststoffgehalt lag unter 10 Gew.-%, die Retentionszeit betrug mindestens 16 Stunden, der pH-Wert der wässrigen Lauge lag nach 16 Stunden unter 11,3.

10 Die Natronlauge wurde über einen Kunststoff-Filter abgenutscht, der vorgetrocknete Naßkuchen wurde in heißem Wasser (70°C) aufgeschlämmt, so daß ein Feststoffgehalt unter 15 Gew.-% erreicht wurde. Es wurde mit Salzsäure (32 Gew.-%) auf einen End-pH-Wert von 4,0 bis 7,0 neutralisiert
15 und die Lösung über einen Kunststoff-Filter abgenutscht. Die anschließende Nachwaschung erfolgte mindestens zweimal mit jeweils 200 bis 500 ml heißem Wasser (70°C).

Zur Bestimmung der Ausbeute wurde dieser Naßkuchen 5 bis 10 mm dünn auf Folie aufgebracht und getrocknet.

20 An diesem Material wurden die Weiße und das Schüttgewicht bestimmt.

Die Ausbeute (atro) lag bei mindestens 97 Gew.-%, das heißt höchstens 3 Gew.-% der Bestandteile des eingesetzten
25 Holzfasermehls wurden durch die Laugenbehandlung herausgelöst.

Die sensorische Prüfung erfolgte in einer wässrigen Aufschlammung, in der 1 g Produkt bei 100 °C in 150 ml Wasser aufgeschlämmt worden war. An dieser Aufschlammung wurden Geruch und Geschmack geprüft.

30 Um einen Eindruck zu gewinnen, was in dem unbehandelten Holzpartikelmaterial (Lignocel C 120) einerseits und dem der Laugenbehandlung unterworfenen Holzpartikelmaterial (Proben Nr. 1 - 3) andererseits an extrahierbaren Stoffen noch enthalten ist, wurden die Materialien einer Extraktion in einer
35 Soxlethapparatur unterworfen. Die Menge der in den Materialien enthaltenen noch extrahierbaren Inhaltsstoffe sind ein Maß für die Eignung der Materialien als Filterhilfsmittel

für sensorisch anspruchsvolle Filtrationen.

Bei der Extraktion in der Soxlethapparatur wurden 5 g des auf einen Feuchtegehalt unter 10 Gew.-% getrockneten Produkts 5 Stunden mit 250 ml Ethanol/Wasser (1:1) extrahiert und der Extraktgehalt gravimetrisch bestimmt.

Mit dem auf einen Feuchtegehalt unter 10 Gew.-% getemperten Material wurde schließlich nach einer Arbeitsvorschrift der Firma Schenk eine Versuchsfiltration bei 20°C durchgeführt, bei der die Naßkuchenhöhe, der Darcy-Wert, das Anströmverhalten und der Wasserwert bestimmt wurden.

Die Ergebnisse der Versuche sind in der beigefügten Tabelle zusammengefaßt.

Die Beurteilung im sensorischen Bereich erfolgt nach Wertezahlen. 0 bedeutet gut, 10 bedeutet schlecht.

Es ist in der Tabelle zu sehen, daß das unbehandelte Material im Hinblick auf den Geruch einen Wert 8 aufweist, der wesentlich schlechter ist als die Werte der behandelten Proben Nr. 1 - 3.

Dasselbe gilt für den Geschmack, der bei dem unbehandelten Produkt Lignocel C 120 maximal schlecht zu beurteilen war.

Während bei Trübung und Farbe der Extraktionslösung in der Soxlethapparatur wesentliche Unterschiede nicht zu verzeichnen sind, ist ein wichtiger Punkt die Extraktmenge. Bei dem unbehandelten Produkt Lignocel C 120 ließen sich noch 3,37% extrahieren, während die entsprechenden Werte der behandelten Produkte um 1,0% liegen. Das bedeutet, daß durch die relativ milde Laugenbehandlung ein erheblicher Teil der extrahierbaren und beim Einsatz des Produkts als Filterhilfsmittel unter Umständen störenden Inhaltsstoffe bereits herausgelöst worden sind.

Zu beachten ist der durch die Laugenbehandlung des Produktes erhöhte Wasserwert, der ein Maß für die Durchlässigkeit des Filterhilfsmittels ist. Die Bestimmung des Wasserwertes erfolgt mit einem Labordruckfilter (Durchmesser 50 mm) und einem Wasserhochbehälter mit Niveauregelung. Zwischen dem Niveau des Wassers im Wasserhochbehälter und dem

TABELLE

Produkt	Feuchte- gehalt Gew.-%	Geruch	Geschmack	Trübung	Farbe	Extrakt %	Weisse %	Schütt- gewicht g/dm ³	Naß- kuchen- höhe mm / 25 g	Darcy- Wert	Anström- verhalten	Wasser- wert
Referenz: Lignocel C 120	9,0	8	10 (bitter)	1 (fast klar)	8 (gelb)	3,37	58,4	128	78	5,3	gut	770
Probe Nr. 1	3,5	1	2-3 (mild)	0 (klar)	1-2 (farblos)	0,13	34,2	n. b.	83	8,0	gut	1098
Probe Nr. 2	5,3	1	2-3 (mild)	0 (klar)	2 (farblos)	1,4	34,1	125	82	7,3	gut	1010
Probe Nr. 3	7,5	5	6 (neutral)	1 (klar)	2-3 (fast farblos)	0,93	36,8	131	79	7,8	gut	1125

Filterboden ist eine Differenz von 2 m einzuhalten.

Der Laborfilter wird mit einer angefeuchteten durchlässigen Celluloseschicht (Schenk D-Schicht mit der Siebseite nach unten) versehen und verschlossen. Anschließend werden 25 g Filterhilfsmittel in 200 bis 300 ml reinem Wasser aufgeschlämmt und vollständig in den Laborfilter überführt. Der Laborfilter wird an den Wasserhochbehälter angeschlossen und entlüftet. Nach einer Minute werden 500 ml Wasser abfiltriert und anschließend die Zeit für die nächsten 100 ml Filtrat gestoppt. Der Wasserwert ergibt sich aus der gestoppten Zeit wie folgt:

$$\text{Wasserwert} = \frac{480}{\text{Zeit in Minuten}}$$

Wenn sich hierbei ein Wasserwert kleiner 150 ergibt, erfolgt die Bestimmung wie oben, jedoch unter Anwendung von nur 4 g Filterhilfsmittel. Dann ergibt sich

$$\text{Wasserwert} = \frac{76,8}{\text{Zeit in Minuten.}}$$

Je kleiner also die Zeit ist, die eine bestimmte Wassermenge zum Durchströmen der Filterschicht benötigt, desto größer ist der Wasserwert. Es versteht sich, daß für exakt vergleichbare Wasserwerte für gleiche Naßkuchenhöhen gesorgt werden muß.

Durch die erfindungsgemäße Behandlung wird also der Durchlaß der aus dem Filterhilfsmittel gebildeten Filterschicht erhöht bzw. der Gegendruck erniedrigt.

Wie sich aus der Tabelle ergibt, ist durch die Behandlung ein Produkt mit einem wesentlich verbesserten Wasserwert hergestellt.

DÜSSELDORF · ESSEN

PATENTANWÄLTE

DIPL.-PHYS. DR. PETER PALGEN
DIPL.-PHYS. DR. H. SCHUMACHER

EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

UNSER ZEICHEN: Dr.P./Wa
Akten-Nr.4
96 060

DÜSSELDORF, den 17.01.1997

RETTENMAIER & SÖHNE GMBH + CO.
in 73494 Ellwangen-Holzmühle.

P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Filterhilfsmittel welches kleinteilige Partikel aus Pflanzenfasern umfaßt, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt.
2. Filterhilfsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzpartikel umfassen.
3. Filterhilfsmitteln nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzfasern umfassen.
4. Filterhilfsmitteln nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzzerkleinerungsreste umfassen.
5. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Holzpartikel einer Behandlung mit einer verdünnten Lauge unterzogen worden sind.

6. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Holzpartikel einer Behandlung mit einer verdünnten Säure unterzogen worden sind.

7. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Holzpartikel einer Behandlung mit einem organischen oder anorganischen Lösungsmittel unterzogen worden sind.

8. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Holzpartikel einer Behandlung mit Wasser unterzogen worden sind.

9. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es im wesentlichen nur Holzpartikel ein und derselben Art, Größe und Vorbehandlung enthält.

10. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei nach unterschiedlichen Verfahren zerkleinerte Anteile der Partikel enthält.

11. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei auf unterschiedliche Abmessungen zerkleinerte Anteile der Partikel enthält.

12. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß es Anteile aus mindestens zwei unterschiedlichen Ausgangsmaterialien hergestellten Partikel enthält.

13. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß es andere, die Filtrationseigenschaften nicht beeinflussende organische oder anorganische Anteile enthält.

14. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß es andere filteraktive Anteile enthält.

15. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß es andere mineralische Anteile enthält.

16. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß es Kieselgur enthält.

17. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß es mineralische Filterhilfsmittel, insbesondere Perlite, enthält.

18. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die größte Partikelabmessung des gebrauchsfertigen Filterhilfsmittels unterhalb 1,0 mm liegt.

19. Verfahren zur Herstellung des Filterhilfsmittels nach einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel während einer Einwirkungsdauer mit der Behandlungsflüssigkeit digeriert werden.

20. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Behandlungsflüssigkeit während der Behandlung im Bereich der Umgebungstemperatur liegt.

21. Verfahren nach Anspruch 19 oder 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Behandlungsflüssigkeit während der Behandlung 50-130 °C beträgt.

22. Verfahren nach einem der Ansprüche 19 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Behandlungsflüssigkeit während der Behandlung unter 100 °C liegt und die Behandlung unter Atmosphärendruck erfolgt.

23. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung mit verdünnter Lauge erfolgt.

24. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Lauge während der Behandlung 70 bis 90 °C beträgt.

25. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration der verdünnten Lauge 2 bis 10 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt beträgt.

26. Verfahren nach einem der Ansprüche 23 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß als Lauge Natronlauge verwendet wird.

27. Verfahren nach einem der Ansprüche 19 bis 26, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkungsdauer so bemessen wird, daß höchstens 10 Gew.-% der Holzinhaltsstoffe entfernt werden.

28. Verfahren nach einem der Ansprüche 23 bis 27, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkungsdauer 5 bis 120 min beträgt.

29. Verfahren nach einem der Ansprüche 23 bis 28, dadurch gekennzeichnet, daß die Stoffdichte bei der Behandlung 5 bis 25 % beträgt.

30. Verfahren nach einem der Ansprüche 19 bis 29, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Einwirkungsdauer gewaschen und getrocknet werden.

31. Verfahren nach einem der Ansprüche 19 bis 30, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikelgröße bei der Behandlung bis zu 10 mm, vorzugsweise 0,1 bis 1,0 mm beträgt.

32. Verfahren nach einem der Ansprüche 19 bis 31, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Behandlung und vor oder nach dem Trocknen weiter zerkleinert werden.

33. Verfahren nach einem der Ansprüche 19 bis 32, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Behandlung und dem Trocknen klassiert werden.

34. Die Verwendung von kleinteiligen Partikeln aus Pflanzenfasern, die einer Einwirkungsdauer einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt, als Filterhilfsmittel.

35. Die Verwendung von kleinteiligen Partikeln aus Pflanzenfasern, die nach einem der Ansprüche 19 bis 33 hergestellt sind, als Filterhilfsmittel.

36. Die Verwendung nach Anspruch 34 oder 35 in der Getränke-, insbesondere Bierfiltration.

37. Die Verwendung nach Anspruch 34 oder 35 in der Lebensmittelfiltration.

38. Die Verwendung nach Anspruch 34 oder 35 im Bereich der Reinigung von Flüssigkeiten in der Chemie.

39. Die Verwendung nach Anspruch 34 oder 35 im Bereich der Reinigung von Hilfsflüssigkeiten der Metallbearbeitung.

DÜSSELDORF · ESSEN

PATENTANWÄLTE

DIPL.-PHYS. DR. PETER PALGEN
DIPL.-PHYS. DR. H. SCHUMACHER

EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

UNSER ZEICHEN: Dr.P./Wa
Akten-Nr. 4
96 060

DÜSSELDORF, den 17.01.1997

RETTENMAIER & SÖHNE GMBH + CO.
in 73494 Ellwangen-Holzmühle.

Z u s a m m e n f a s s u n g :

Das Filterhilfsmittel umfaßt kleinteilige Partikel aus Pflanzenfasern, die während einer Einwirkungsdauer einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt.